

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 10273339 A

(43) Date of publication of application: 13 . 10 . 98

(51) Int. Cl

C03C 17/00

C03C 15/00

H01L 21/205

H01L 21/31

(21) Application number: 10081029

(22) Date of filing: 27 . 03 . 98

(30) Priority: 27 . 03 . 97 DE 97 19713014

(71) Applicant:

SHINETSU QUARTZ PROD CO
LTD HERAEUS QUARZGLAS
GMBH

(72) Inventor:

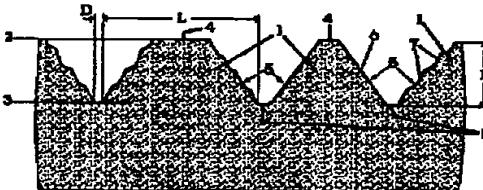
DIETMAR HERMANN
JOERG BECKER
GERARD REBURAN

(54) SILICA GLASS MEMBER FOR USE IN
PRODUCTION OF SEMICONDUCTOR

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a silic glass member having a surface with a roughness suitable for binding a CVD layer thereto.

SOLUTION: This product useful for producing semiconductor devices and having a rough surface formed by irregularly projected structural elements extendedly laid between the first upper level and second lower level, wherein a majority of such elements have each a nearly flat covering surface running on the first level and the covering surface is limited in such a way that small plains are formed stepwise along each of the almost flat side walls running between the first level and second level, and wherein an average roughness height R_a of the rough surface is 0.1 to 10 μm and a demension L of the projection of the structural element 1 projected on the first level 2 is 30 to 180 μm on an average.



COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(51) Int.Cl.⁶
 C 0 3 C 17/00
 15/00
 H 0 1 L 21/205
 21/31

識別記号

F I
 C 0 3 C 17/00
 15/00
 H 0 1 L 21/205
 21/31

Z
F

審査請求 未請求 請求項の数 7 OL (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平10-81029

(22)出願日 平成10年(1998)3月27日

(31)優先権主張番号 19713014.3

(32)優先日 1997年3月27日

(33)優先権主張国 ドイツ (DE)

(71)出願人 000190138

信越石英株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目22番2号

(71)出願人 592164085

ヘレウス・クアルツグラース・ゲゼルシャ
フト・ミット・ベシュレンクテル・ハフツ
ングHERAEUS QUARZGLAS G
ESELLSCHAFT MIT BES
CHRANKTER HAFTUNG
ドイツ連邦共和国、63450 ハナウ、クア
ルツシュトラー^セ (番地なし)

(74)代理人 弁理士 曾我 道照 (外6名)

最終頁に続く

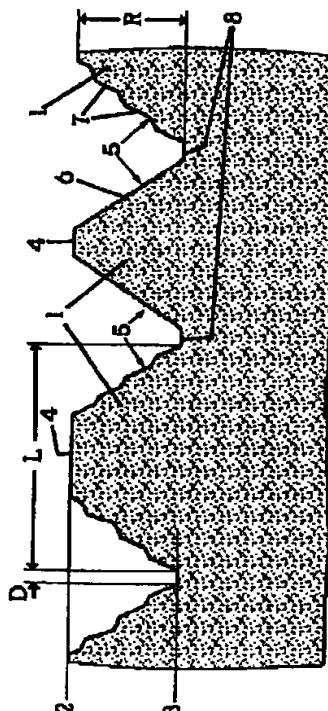
(54)【発明の名称】 半導体の製造中に使用するための石英ガラス部材

(57)【要約】

【課題】 CVD層の結合に適切な粗い表面を有する石英ガラス部材のを提供。

【解決手段】 第1の上方レベルと第2の下方レベルとの間に延在する不規則な隆起した構造的な要素によって形成される粗い表面を有する、半導体の製造中に使用するための石英ガラス部材であつて、このような構造的な要素の多数が、第1のレベル上に走るほぼ平坦な覆い面を有し、該覆い面が、第1および第2のレベルの間に走るほぼ平坦な側面によって、すべての側面で小平面を刻む方法で限定されるような石英ガラス部材において、表面の平均粗さ高さ R_a が $0.1 \mu m$ から $10 \mu m$ の範囲にあり、第1のレベル (2) に投影された構造的な要素

(1) の突出部の寸法 (L) が $30 \mu m$ から $180 \mu m$ の範囲の平均値を有することを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 第1の上方レベルと第2の下方レベルとの間に延在する不規則な隆起した構造的な要素によって形成される粗い表面を有する、半導体の製造中に使用するための石英ガラス部材であつて、このような構造的な要素の多数が、第1のレベル上に走るほぼ平坦な覆い面を有し、該覆い面が、第1および第2のレベルの間に走るほぼ平坦な側面によって、すべての側面で小平面を刻む方法で限定されるような石英ガラス部材において、表面の平均粗さ高さ R_a が $0.1 \mu m$ から $10 \mu m$ の範囲にあり、また第1のレベル(2)に投影された構造的な要素(1)の突出部の寸法(L)が $30 \mu m$ から $180 \mu m$ の範囲の平均値を有することを特徴とする石英ガラス部材。

【請求項2】 前記表面の平均粗さ高さ R_a が $1 \mu m$ と $5 \mu m$ の間にあり、また第1のレベル(2)の上の構造的な要素(1)の突出部の平均寸法が $50 \mu m$ と $100 \mu m$ の範囲にあることを特徴とする、請求項1に記載の石英ガラス部材。

【請求項3】 前記側面(5)の少なくとも1つの部分が階段状要素(7)を形成することによって配設されることを特徴とする、請求項1または2に記載の石英ガラス部材。

【請求項4】 前記階段状要素(7)が $0.5 \mu m$ から $5 \mu m$ の範囲の階段状深さを与えることを特徴とする、請求項3に記載の石英ガラス部材。

【請求項5】 隣接した構造的な要素(1)の間に、少なくとも $1 \mu m$ の幅を有するギャップ(8)が形成されることを特徴とする、前記請求項のいずれか1項に記載の石英ガラス部材。

【請求項6】 前記ギャップ(8)が、一列に配設された種々のくぼみによって形成されることを特徴とする、請求項5に記載の石英ガラス部材。

【請求項7】 前記構造的な要素(1)が鋭角的な隅部または縁部を有することを特徴とする、前記請求項のいずれか1項に記載の石英ガラス部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、第1の上方レベルと第2の下方レベルとの間に延在する不規則な隆起した構造的な要素によって形成される粗い表面を有する、半導体の製造中に使用するための石英ガラス部材に関し、このような構造的な要素の多数は、第1のレベル上に走るほぼ平坦な覆い面を有し、この覆い面は、第1および第2のレベルの間に走るほぼ平坦な側面によって、すべての側面で小平面を刻む方法で限定される。

【0002】 半導体素子製造のために、いわゆるCVD法を応用した基板被覆が通常使用される。このように、例えば酸化ケイ素、窒化ケイ素またはシリコン層がシリコンウェハ上に堆積される。被覆材料は基板の上に堆積

するだけでなく、反応室とその中に配設された装置の壁部上に堆積する。これらの層はある一定の層厚からはがれ、その結果粒子問題を引き起こす。これらの問題を防止するために、それぞれの表面は時々清浄にされる。

【0003】 表面を清浄にすることは時間がかかり、また高価である。この時間とコストを低減するために、連続した清浄工程の間の時間的間隔を可能な限り長くすることが必要である。特により高温のCVD法の場合、石英ガラスと被覆材料との熱膨張係数差は、相対的に小さな層厚においてさえも層のはがれ落ちを生じさせる。

【0004】 表面を粗くすることによって、より厚いCVD層の保持が可能になることが周知である。通常サンドブラスト法または化学エッチング法が石英ガラス部材を粗くするために利用される。サンドブラスト法によって、CVD層のより強固な保持に貢献する構造が石英ガラス表面上に造られる。しかしサンドブラスト法も、結果としてCVD層のはがれ落ちを招く裂け目を部材表面上に誘発することになる。さらに部材表面全体の同質処理と正確な寸法の遵守は、サンドブラスト法を実施する時に問題が多いことが明らかになっている。

【0005】 代替方法として、石英ガラス部材の表面は化学エッチング溶液によって粗くされる。表面エッチングによって、頻繁に丸い表面構造、例えば丸いまたは楕円形のくぼみが生じる。サンドブラストした表面に比較して、これらの表面構造のCVD層に対する結合力は減少する。

【0006】

【従来の技術】 提示した分野による部材が特開平6-332956号公報に開示されている。この特許出願から、石英ガラス表面を粗くするためのエッチング溶液が既知であり、これを応用することによって、石英ガラス部材の表面上に不規則な、隆起したほぼ鋭角縁部の構造的な要素を造ることができる。既知のエッチング溶液で処理される表面の水平突出部に、メサまたは切頭ピラミッド形態の構造的な要素の配列から構成される粒状の微細構造を見ることができる。構造的な要素は、上方レベル、例えば元の部材表面と、例えば最大エッチング深さによって規定される下方レベルとの間に延在する。構造的な要素の平均寸法は $5 \mu m$ から $15 \mu m$ の範囲にある。石英ガラス表面上には微細な裂け目が目に見えないけれども、このように設計された表面は厚いCVD層の強固な結び付きに適切でないことが証明されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の課題は、特にCVD層の結合に適切な粗い表面を有する石英ガラス部材を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】 上述の石英ガラス部材に基づき、表面の平均粗さ高さ R_a が $0.1 \mu m$ から $10 \mu m$ の範囲にあり、また第1のレベル上の構造的な要素

の突出部の寸法が $30 \mu m$ から $180 \mu m$ の範囲の平均値を有する本発明に従って解決される。

【0009】

【発明の実施の形態】表面の粗さ平均高さ、また特に構造的な要素の平均寸法は CVD 層の結合にとって決定的な要素である。最適な結果は、 $0.1 \mu m$ から $10 \mu m$ の範囲の平均粗さ高さ R_a によって達成することができる。粗さ高さ R_a の値は DIN 4768 に従って決定される。

【0010】上述の範囲の表面の粗さ平均高さに加えて、第 1 のレベル (2) に投影された構造的な要素

(1) の突出部の寸法 (L) が、 $30 \mu m$ から $180 \mu m$ の範囲の平均値を有することが重要である。構造的な要素の寸法は水平突出部によって決定される。水平突出部から、構造的な要素が互いに直接隣接し、また境界線のみによって分離されることが理解できる。構造的な要素が隆起するにつれ、境界線を容易に認識することができる。本発明では、構造的な要素の寸法は対向する 2 つの境界線の間の最長の距離を意味する。評価のために、 10 mm^2 の部材表面の部分が考慮される。測定された寸法の算術平均が平均寸法とされる。 $5 \mu m$ 未満の寸法の構造的な要素は平均寸法の決定のために考慮されない。

【0011】このような表面微細構造を備えた石英ガラス部材は、CVD 層、特に高温の方法によって堆積された CVD 層では優れた結合を示す。この反応は、石英ガラスと CVD 層材料との間の良好な応力分布に貢献する表面粗さの特殊形態によって説明することができる。表面の微細構造によって三次元応力分布が得られる。このため構造的な要素は、 $180 \mu m$ を越えない平均寸法を有するほぼ平面の領域要素から小平面を刻む方法で構成する必要がある。この結果、構造的な要素の密度と分布が得られ、またカバーと側面は適切な応力分布を可能にする密度と分布を形成する。この結果は、 $30 \mu m$ 未満の構造的な要素の平均寸法によってはもはや観察することはできない。

【0012】本発明は、例えば石英ガラス部材の円筒状外被のエッティングされていない領域上にエッティングすることによってアーチ状のカバー面を除去した後に、そのカバー面が管または棒のような形状に発達するので、平坦なカバー面がアーチ状のカバー面であり得ることを意味する。エッティングによって構造的な要素を造る場合、上方のレベルはエッティングされていない領域表面によって、またはエッティングによって除去された材料が最も少ない領域表面によって規定することができる。

【0013】表面の粗さ平均高さ R_a が $1 \mu m$ から $5 \mu m$ の間にあり、また第 1 のレベル上の構造的な要素の突出部の寸法が $50 \mu m$ から $100 \mu m$ の範囲の平均値を有することが好適である。

【0014】少なくとも側面の一部が階段状要素の形成

によって構成されるような部材が、特に適していることが証明されている。階段状要素は側面の対を一列に配列することによって形成され、1 つの側面はカバー面に対して平行にまたは小さな角度で延在し、また隣接した側面はカバー面に対して大きな角度で延在する。隣接した側面の間の直角を維持する必要はない。構造的な要素の側面境界領域の階段状形状は、非常に多くの階段状要素を一列に配列することによって達成される。側面境界面のこののような階段状形状は、三次元の応力分布によって応力低減にさらに貢献する。この効果は、側面のこのような階段状形状と配列が構造的な要素の中に部分的に存在するならば、容易に認識することができる。この点で、1 つの側面境界壁のすべての階段状要素が同一の幾何学的寸法を備える必要はない。 $0.5 \mu m$ から $5 \mu m$ の範囲の階段状深さを有する階段状要素は CVD 層の結合力に関して特に明確な効果を示す。

【0015】石英ガラス部材の実施例は、隣接した構造的な要素の間の第 2 のレベル上に少なくとも $1 \mu m$ の幅を有するギャップが形成されるような実施例が好ましい。隣接した構造的な要素の隆起領域の間に形成されたこのようなギャップは、CVD 層の強固な結合に関して特に良好であることが証明されている。この場合、その幅は隣接したすべての構造的な要素を互いに分離するので、縦断面に沿ったギャップの平均幅を意味する。ギャップの基部領域は平面であるかまたはアーチ状の形状であることが可能である。

【0016】ギャップ内のくぼみの一列配列は、CVD 層の結合に関して好適であることが証明されている。ギャップ内のこのようなくぼみは、例えば本発明に基づき構成される石英ガラス部材の引き続くエッティングによって、フッ化水素酸を含むエッティング溶液によって造ることができる。

【0017】石英ガラス部材の構造的な要素が锐角縁部または隅部を有するような石英ガラス部材が特に良好であることが証明されている。このような縁部と隅部は、例えば部材と CVD 層とを結合するための留め金として役立つアンダカットを有する。

【0018】

【実施例】実施例と図面によって本発明について以下に詳細に説明する。

【0019】図 1 に本発明の意味における構造的な要素が、隆起領域 1 として概略的に示されている。隆起領域 1 は第 1 の上方レベル 2 と第 2 の下方レベル 3 との間に延在する。断面では、隆起領域 1 は切頭円錐の形状を有する。隆起領域は上方レベル 2 と共に走る平坦なカバー面 4 を有する。カバー面 4 は側面によって画定され、側面のすべては図 1 の参照番号 5 によって示される。側面 5 は部分的に滑らかな境界領域 6 として形成されるか、または個別階段状要素 7 の階段部によって構成される。個別階段状要素 7 の形状は多様である。隣接した隆起領域

域1の側面壁部5は共通の境界を分かち合わず、2つの壁部のすべての間にはレベル基部領域を有するギャップ8がある。ギャップ8は隣接する隆起領域1を分離する。

【0020】隆起領域1の大きさを決定するための寸法は、図1の「L」によって示されている。ギャップの平均幅は寸法「D」から得られる。表面粗さを決定するために、上方レベル2と下方レベル3との間の距離「R」は数カ所で測定され、したがって平均値R_aはDIN4768に従って計算される。

【0021】図2の走査型電子顕微鏡写真から、本発明に基づく石英ガラス部材の表面は多数の不規則な隆起領域1によって決定され、これら領域は鋭角隅部と縁部を特徴とし、またギャップ8によって互いに分離される。写真では、隆起領域1は暗い表面として見ることができ、ギャップ8は明るい境界線として見ることができる。実例によって示した本実施例では、隆起領域1の平均寸法は約100μmである。図2に示した表面の中には、値R_aは約2μmである。

【0022】図3は、写真の切抜き「A」の拡大写真である。この拡大写真から、本発明に基づく石英ガラス部材の表面微細構造の詳細を見ることができる。これについて以下に詳細に説明する。

【0023】写真では、参考番号1aから1eによって印された切頭ピラミッド形状のほぼ5つの不規則な隆起領域が示されている。例えば隆起領域1aは、下方傾斜を有する側面壁部5a、5b、5cによって画定される多角形形状の明確なカバー面4aを有する。側面壁部5a、5b、5cは階段形状である。階段状形状は、印5bの側面壁部内に容易に識別できる。個別階段の深さは側面壁部5dでは一様ではない；平均の深さは約1μmである。個別階段の高さも同様に多様である。

【0024】個別隆起領域1aから1eはギャップ8によって分離される。ギャップ8は約2μmの平均幅「D」を有する。実例によって示した実施例では、ギャップの基部領域は平坦でなく、1μm以下の寸法を有する多数の隣接する小さなくぼみのため不規則な形状である。

【0025】部材表面の説明した微細構造によって、部材表面上に堆積されたCVD層との多数の結合箇所が提供される。一方でこれは、それぞれの隆起領域の高さ「R」によりほぼ決定される上述の平均表面粗さによって達成され、他方で隆起領域の側面の寸法「L」によって達成される。隆起領域のタイトネスと分布は同様に平均表面粗さR_aの値に反映されている。

【0026】本発明に基づく石英ガラス部材上には、例えば従来技術に基づく部材上の窒化ケイ素の層の5倍から10倍の厚さの窒化ケイ素の層が、CVD法によって、約600℃の温度で層のはがれ落ちなしに堆積できるであろう。本発明に基づく部材の有効寿命はそれに従

って長くなる。

【0027】以下に、本発明に基づく部材の製造方法について説明する：シリコン半導体プレートを支持するための事前にファイヤーポリッシュした石英ガラスポートは、アルコール溶液の中で洗浄され、その後にフッ化水素酸を含むエッティング溶液内で洗浄される。清浄な同質の表面は同一高さの粗さを造るのに貢献し、また部材の全表面にわたって上述の小粒微細構造に貢献する。

【0028】次の組成のエッティング溶液が用意される：

10 23.6重量%のHF（50%HF溶液として計量）
17.4重量%のアンモニウムフッ化物（固体として計量）
35.4重量%の酢酸（100%酢酸として計量；結晶化可能な酢酸）
23.6重量%の水

【0029】エッティング溶液は安定化のために1時間放置される。エッティング溶液の安定化も同一高さの粗さを造るのに貢献し、また部材の全表面にわたる上述の小粒微細構造に貢献する。

20 20 30】ポートは約15℃に焼戻しされる。その後、石英ガラスポートはエッティング溶液内に浸漬される。均等なエッティング効果を達成するために、またポート表面上の付着を防止するために、浸漬が可能な限り速く行われる。

【0031】15℃のエッティング溶液温度によって、処理期間は60分である。この後、ポートは10分間5%のフッ化水素酸内で洗浄される。このエッティングと洗浄工程に続き、表面は、図2と図3に示した2μmの平均粗さ高さR_aの微細構造を有する。

30 30 32】ポートとエッティング溶液もまた他の温度で、例えば20℃に調節することができる。エッティング溶液の組成には調整が必要かもしれない。より高い温度と共に、より高い希釈度のエッティング溶液が有効である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に基づく垂直の石英ガラス部材の表面に垂直に見た概略断面図である

【図2】本発明に基づく部材表面の倍率100倍の走査型電子顕微鏡写真である。

40 40 43】図2に示した部分の倍率500倍の写真である。

【符号の説明】

1 隆起領域

1a から 1e 個別隆起領域

2 第1の上方レベル

3 第2の下方レベル

4 平坦なカバー面

4a 明確なカバー面

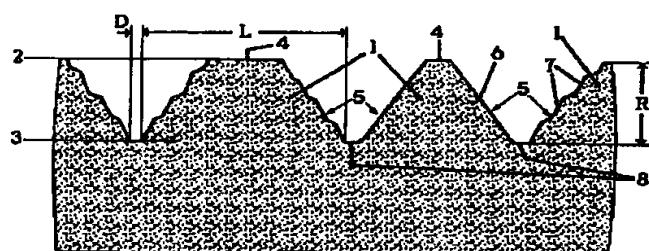
5 側面

5a、5b、5c、5d 側面壁部

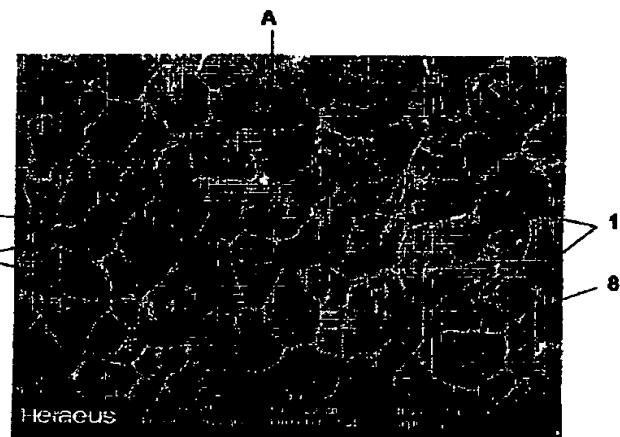
6 境界領域
7 階段状要素
8 ギャップ

* L 隆起領域の側面寸法
R 隆起領域の高さ
* Ra 平均表面粗さ高さ

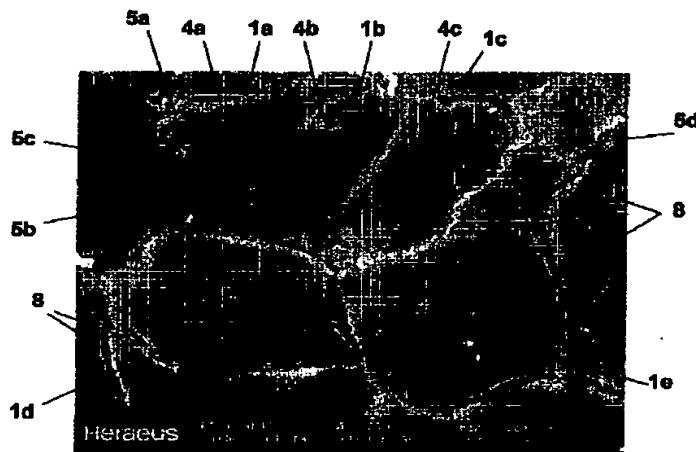
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(71)出願人 592164085

QUARZSTRASSE, 63450 H
ANAU, GERMANY

(72)発明者 ディートマール・ヘルマン

ドイツ連邦共和国、63589 リンゼンゲリ
ヒト、バッハヴェーク 2

※ (72)発明者 イエルグ・ベッカー

ドイツ連邦共和国、61194 ニダタル 4、
ヴァルトシュトラーセ 16

(72)発明者 ジエラール・レブラン

フランス国、38500 クーブルヴィ、モン
テ・ド・マトレイ

※